МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

СПЛАВЫ СЕРЕБРЯНО-ПЛАТИНОВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.22'231: 546.57.06: 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СЕРЕБРЯНО-ПЛАТИНОВЫЕ

Метод определения серебра

Silver-platinum alloys.
Method for the determination of silver

ГОСТ 12555.1—83

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.84

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения серебра (при массовой доле от 30,0 до 97,0 %) в серебряно-платиновых сплавах.

Метод основан на потенциометрическом титровании иона серебра раствором хлористого натрия до заданного значения разности потенциалов с применением блока автоматического титрования. Индикаторным электродом служит серебряная проволока. В качестве электрода сравнения применяют хлорсеребряный электрод, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22864.

1.2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и допускаемые расхождения.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения образцовые по ГОСТ 24104.

pH-метр милливольтметр лабораторный типа pH-121.

Блок автоматического титрования лабораторный БАТ-15.

Электрод индикаторный — проволока из серебра Ср 999,9 по ГОСТ 6836.

Электрод сравнения АВЛ-1М3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 $см^3$.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 150 $см^3$.

Бюретка с автоматической установкой нуля по ГОСТ 29251, вместимостью 50 $см^3$.

Серебро марки 999,9 по ГОСТ 6836.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор концентрации 0,1 моль/$дм^3$; готовят из фиксанала 0,1 г · экв/$дм^3$ или 5,85 г хлористого натрия растворяют в воде и доводят объем до 1000 $см^3$.

Определение массовой концентрации раствора концентрации 0,1 моль/$дм^3$ хлористого натрия по серебру:

навеску серебра массой 0,40 — 0,45 г (берут три параллельные навески), взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$ и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор нагревают до удаления окислов азота и разбавляют дистиллированной водой примерно до 50 $см^3$. По охлаждении раствор серебра титруют раствором концентрации 0,1 моль/$дм^3$ натрия хлористого, как указано в разд. 4.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1983
©ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Массовую концентрацию раствора хлористого натрия по серебру (T), выраженную в г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески серебра, г;

V — объем хлористого натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Массовую концентрацию раствора хлористого натрия определяют перед началом анализа. Срок годности раствора хлористого натрия 2 — 3 мес.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1) в течение 30 мин. По окончании растворения раствор нагревают до удаления окислов азота и разбавляют дистиллированной водой примерно до 50 см^3.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Включают в сеть питания приборы рН-121 и БАТ-15. После прогрева в течение 30 мин устанавливают переключатели приборов в положения:

рН-121		БАТ-15	
«Размах»	от минус 1 до плюс 14	«Заданная точка»	3,0 — 3,4
«Род работы»	+мВ	«Выдержка»	10
		«Зона»	1
		«Вверх — вниз»	вниз

Не отфильтровывая осадок платины в анализируемый раствор погружают перемешивающий стержень, электроды и дозирующую трубку, которая должна быть расположена близко к индикаторному электроду, во избежание перетитровывания раствора.

Раствор разбавляют дистиллированной водой до объема, при котором рабочие части электродов были бы погружены в раствор.

Включают мешалку и начинают титрование раствором натрия хлористого нажатием на блоке автоматического титрования клавиш "Пуск" и "Вкл". Начало процесса титрования сопровождается загоранием сигнальной лампочки "Процесс". Титрование ведут до заданной точки 3,0 — 3,4, которую определяют по кривой потенциометрического титрования раствора серебра азотнокислого раствором концентрации 0,1 моль/дм^3 натрия хлористого. По окончании титрования загорается сигнальная лампочка "Конец" и прекращается подача через дозирующую трубку раствора хлористого натрия. После этого отжимают клавиши "Пуск" и "Вкл", выключают магнитную мешалку, вынимают из стакана электроды и перемешивающий стержень и обмывают их дистиллированной водой. Фиксируют объем раствора, израсходованного на титрование (с точностью 0,1 см^3).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю серебра (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески анализируемого сплава, г;

V — объем хлористого натрия, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора хлористого натрия по серебру, г/см^3.

5.2. Разность между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D = 0,25$ %.

Разность двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях, не должна превышать абсолютного значения допускаемого расхождения $D = 0,35$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Контроль точности результатов определений массовой доли серебра проводится воспроизведением его массовой доли в искусственной смеси химического состава, близкого составу анализируемого сплава, проведенной через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность наибольшего и наименьшего значений массовой доли серебра в искусственной смеси не превышает 0,20 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.А.Куранов, Г.С. Хаяк, Н.С. Степанова, Н.Д. Сергиенко, И.Г.Сажина, Т.И. Беляева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.03.83 № 1371

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12555—67 в части разд. 2

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 4217 77	Разд. 2
ГОСТ 4233—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 6836—80	Разд. 2
ГОСТ 22864—83	1.1
ГОСТ 24104—88	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 29251—91	Разд. 2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6 —93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)

gost.e-ecolog.ru